УДК 668.5 : 543.06 : 006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения спиртов и фенолов

ГОСТ 14618.8—78

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of alcohols and phenols

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Срок действия с 01.01.80 до 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения:

первичных спиртов и фенолов ацетилированием в присутствии пиридина;

первичных и вторичных спиртов ацетилированием в присутствии пиридина;

первичных и вторичных спиртов ацетилированием в присутствии хлорной кислоты и пиридина;

спиртов ацетилированием в этилацетате в присутствии хлорной кислоты (вторичные, пространственно затрудненные спирты, фенолы и многоатомные спирты);

смежных гидроксильных групп окислением йоднокислым калием в кислой среде (многоатомные спирты);

спиртов дегидратацией с серной кислотой (линалоол, гераниол);

спиртов дегидратацией с *п*-толуолсульфокислотой;

спиртов по эфирному числу после ацетилирования в присутствии уксуснокислого натрия (ментол, гераниол и другие в эфирных маслах);

спиртов формилированием;

этилового спирта в абсолютных маслах;

фенолов по растворимости в щелочах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВИЧНЫХ СПИРТОВ И ФЕНОЛОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ПРИСУТСТВИИ ПИРИДИНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на ацетилировании точным количеством уксусного ангидрида. Пиридин прибавляют в качестве растворителя и катализатора ацетилирования.

Содержание спиртов выражается гидроксильным числом в миллиграммах гидроокиси калия на один грамм продукта или в процентах.

2.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба П-1—100(250)—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82 с пришлифованной пробкой.

Бюретка 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка автоматическая вместимостью 5 и 20 $см^3$.

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138°С.

Пиридин по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116°С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c ($NaOH$) = 0,5 моль/$дм^3$ (0,5 н.).

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации по ГОСТ 25794.1—83.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. *Приготовление ацетилирующей смеси*

Смешивают 1 часть уксусного ангидрида и 3 части пиридина и оставляют на 15—20 мин.

При длительном хранении смесь окрашивается в желтый цвет и в таком виде непригодна для применения.

2.3. Проведение анализа

0,3—0,8 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта или фенола) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 5 см³ ацетилирующей смеси и оставляют на 1—2 ч, в зависимости от строения анализируемого спирта. По истечении этого времени приливают цилиндром 20 см³ горячей воды (50—60°С), перемешивают, приливают автоматической пипеткой 20 см³ 0,5 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия и титруют 0,5 моль/дм³ раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. В случае кислой реакции анализируемого продукта в отдельной навеске следует определить количество щелочи, необходимое для нейтрализации взятой навески по ГОСТ 14618.7—78.

Параллельно проводят контрольный опыт.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта или фенола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(V-V_1)M}{m\cdot 20}.$$

Гидроксильное число (X_1) в мг КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{(V-V_1)\cdot 28}{m}.$$

Массовую долю спирта (X_2) в процентах (в продукте, содержащем кислоту) вычисляют по формуле

$$X_2=\frac{[V-(V_1-V_2)]M}{m\cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты в рабочем опыте, см³;

V_2 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты, содержащейся в данной навеске, см³;

M — молекулярная масса спирта;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения

между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать:

1,5% — для продуктов с массовой долей спирта более 50%;

1,0% — для продуктов с массовой долей спирта от 10 до 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей спирта менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВИЧНЫХ И ВТОРИЧНЫХ СПИРТОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ПРИСУТСТВИИ ПИРИДИНА

3.1. Аппаратура и реактивы по п. 2.2.

3.2. Проведение анализа

0,3—0,8 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 5 см³ ацетилирующей смеси, присоединяют обратный холодильник и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 или 2 ч в зависимости от строения спирта.

Дальнейшее определение и обработку результатов проводят по пп. 2.3 и 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВИЧНЫХ И ВТОРИЧНЫХ СПИРТОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ПРИСУТСТВИИ ХЛОРНОЙ КИСЛОТЫ И ПИРИДИНА

4.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба П-1—100(250)—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник воздушный, трубка с конусом КШ-29/32 по ГОСТ 8682—79 диаметром 10—15 мм, длиной 100—110 см.

Пипетка автоматическая вместимостью 5 и 20 см³.

Пипетка 4(5)—1—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138°С.

Пиридин по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116°С.

Кислота хлорная, ч. д. а., с массовой долей кислоты 57%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1.1. *Приготовление ацетилирующей смеси*

К 80 мл пиридина добавляют 0,12 см³ 57%-ной хлорной кислоты, приливают 25 см³ уксусного ангидрида и перемешивают 5 мин. Ацетилирующая смесь через сутки приобретает красную окраску, поэтому ее необходимо готовить непосредственно перед проведением анализа.

Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Проведение анализа и обработку результатов проводят по пп. 2.3 и 2.4. Время реакции от 10 до 60 мин в зависимости от строения спирта.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ЭТИЛАЦЕТАТЕ В ПРИСУТСТВИИ ХЛОРНОЙ КИСЛОТЫ

(вторичные, пространственно затрудненные спирты, фенолы, многоатомные спирты)

5.1. Сущность метода

Метод основан на ацетилировании спиртов раствором уксусного ангидрида в этилацетате в присутствии хлорной кислоты.

5.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба П-1—100(250)—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82 с пришлифованной пробкой.

Пипетка автоматическая вместимостью 5 см³.

Цилиндр 1(3)—25(100) по ГОСТ 1770—74.

Бюретка 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 4(5)—1—1 по ГОСТ 20292—74.

Баня водяная.

Этилацетат по ГОСТ 8981—78.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138°С.

Пиридин по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116°С.

Кислота хлорная, ч. д. а., с массовой долей кислоты 57%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, спиртовой раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Ангидрид фосфорный, ч. д. а.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2.1. *Приготовление ацетилирующей смеси*

К 60 см³ этилацетата (свежеперегнанного над фосфорным ангидридом) приливают при перемешивании 0,15 см³ 57%-ной хлорной кислоты и 10 см³ уксусного ангидрида. Смесь перемешивают в течение 5 мин. Ацетилирующая смесь устойчива в течение недели.

Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83, ГОСТ 25794.3—83.

5.3. Проведение анализа

0,1—0,8 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 5 см³ ацетилирующей смеси и перемешивают до полного растворения. Если анализируемый спирт плохо растворим в ацетилирующей смеси, реакционную массу нагревают на водяной бане 1—2 мин, а затем оставляют на 15 мин при 18—20°С.

По истечении этого времени прибавляют 5 см³ воды и 5 см³ смеси пиридин-вода 3 : 1 (по объему), перемешивают и оставляют реакционную смесь на 5 мин. Затем прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Параллельно проводят контрольный опыт.

5.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1)M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходо-

ванный на титрование уксусной кислоты в рабочем опыте, см³;

m — масса навески вещества, г;

M — молекулярная масса спирта.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

5.3; 5.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СМЕЖНЫХ ГИДРОКСИЛЬНЫХ ГРУПП ОКИСЛЕНИЕМ ЙОДНОКИСЛЫМ КАЛИЕМ В КИСЛОЙ СРЕДЕ

(многоатомные спирты)

6.1. Сущность метода

Метод основан на окислении многоатомных спиртов, имеющих смежные гидроксильные группы (гликоли, глицерин, эритрит, маннит), йоднокислым калием в кислой среде.

Избыток йоднокислого калия восстанавливают йодистым калием в кислой среде и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия.

6.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба П-1—100(250)—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Бюретка 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 2—1—20 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 6(7)—1—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—5(10) по ГОСТ 1770—74.

Колба 1(2)—250(1000) по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей кислоты 4% и раствор концентрации c $(1/2)H_2SO_4)=2$ моль/дм³ (2 н.).

Калий йоднокислый (7,6 г йоднокислого калия растворяют в растворе серной кислоты концентрации 2 моль/дм³ и разбавляют дистиллированной водой до 1 дм³).

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей йодистого калия 10%, свежеприготовленный.

Натрий серноватистокислый (натрий тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации c $(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей крахмала 0,5%.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техниче-

скими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации по ГОСТ 25794.2—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

6.3. Проведение анализа

0,2—0,5 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. 10 см^3 этого раствора пипеткой переносят в колбу с пробкой, приливают из бюретки или пипеткой 20 см^3 раствора йоднокислого калия и 2 см^3 4%-ной серной кислоты.

Реакционную массу оставляют на 1,5—2 ч. Затем добавляют 10 см^3 раствора йодистого калия. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия. В качестве индикатора применяют раствор крахмала.

Параллельно проводят контрольный опыт.

6.4. Обработка результатов

Массовую долю многоатомного спирта (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1)M \cdot 25}{(n-1)m \cdot 200},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контрольном опыте, см^3;

V_1 — объем точно 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в рабочем опыте, см^3;

M — молекулярная масса спирта;

n — число смежных гидроксильных групп;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

6.3, 6.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ДЕГИДРАТАЦИЕЙ С СЕРНОЙ КИСЛОТОЙ

(Линалоол, гераниол)

7.1. Сущность метода

Метод основан на количественном отщеплении молекулы воды

от молекулы спирта при нагревании с серной кислотой. Спирт определяют по количеству выделившейся воды.

7.2. Аппаратура и реактивы

Аппарат для количественного определения воды АКОВ-10 по ГОСТ 1594—69.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

Баня песчаная.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83.

Фарфор неглазурованный, пемза прокаленная, кусочки.

Толуол по ГОСТ 5789—78 или ГОСТ 9880—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 плотностью 1,83—1,84 г/см^3.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

7.3. Проведение анализа

10—50 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 250 см^3, приливают 50—75 см^3 толуола и содержимое колбы тщательно перемешивают, добавляют кусочки неглазурованного фарфора или прокаленной пемзы. Колбу соединяют с приемником-ловушкой. Открытый конец приемника-ловушки соединяют с холодильником. Колбу нагревают на закрытой электроплитке или песчаной бане до кипения. Кипячение ведут так, чтобы конденсирующийся растворитель не скапливался в холодильнике, а стекал в ловушку со скоростью 2—4 капли/с. При этом в приемнике вместе с растворителем собираются мелкие капли воды, которые оседают на дно приемника, а растворитель, дойдя до уровня отводной трубки, стекает обратно в колбу.

Смесь кипятят не более 2 ч до прекращения выделения воды. После охлаждения прибора до 20°С измеряют объем воды, собравшейся в приемнике. Затем в колбу прибавляют концентрированную серную кислоту в количестве 1% от массы навески анализируемого продукта и смесь кипятят в условиях, описанных выше. Реакцию дегидратации ведут в течение 3 или 5 ч в зависимости от навески, после чего холодильник смывают 20—30 см^3 толуола.

Прибору дают остыть до 20°С и производят отсчет воды, собравшейся в приемнике.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V - V_1) M \cdot 100}{m \cdot 18},$$

где V — общий объем воды, собранный в приемнике, см³;

V_1 — объем воды, собранный в приемнике до проведения реакции дегидратации, см³;

M — молекулярная масса спирта;

m — масса навески вещества, г;

18 — молекулярная масса воды.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ДЕГИДРАТАЦИЕЙ с *п*-ТОЛУОЛСУЛЬФОКИСЛОТОЙ

8.1. Сущность метода

Метод основан на количественном отщеплении молекулы воды при нагревании спирта с *п*-толуолсульфокислотой. Выделяющаяся вода титруется реактивом Фишера или Ван-дер-Мюллена электрометрически или визуально.

8.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба П-1—100(250)—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—10(100) по ГОСТ 1770—74.

Аппарат для количественного определения воды АКОВ-10 по ГОСТ 1594—69.

Прибор для электрометрического титрования воды, приведенный в ГОСТ 14870—77.

Пипетки автоматические вместимостью 10 и 15 см³.

Колба Гр-100—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

Алонж АКП-14/23—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

Изгиб И<75° 2К—14/23—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХПТ-1—100—14/23 ХС по ГОСТ 25336—82.

Баня песчаная, глицериновая или масляная, или со сплавом Вуда.

Термометр по ГОСТ 28498—90.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,2 моль/дм³ (0,2 н.), готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Толуол по ГОСТ 9880—76 или ГОСТ 5789—78.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

п-Толуолсульфокислота, ч.

Реактив Фишера или Ван-дер-Мюллена (приготовление по ГОСТ 14618.6—78).

Пиридин по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116°С.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

8.3. Подготовка к анализу

8.3.1. *Приготовление суспензии п-толуолсульфокислоты в толуоле*

К 100 см³ толуола, помещенного в круглодонную колбу, прибавляют 0,5 г *п*-толуолсульфокислоты, взвешенной с погрешностью не более 0,002 г. Колбу соединяют с холодильником через приемник-ловушку и кипятят смесь до прекращения выделения воды не более 1,5 ч. Затем смесь охлаждают, колбу отсоединяют и закрывают пробкой. Смесь может храниться в течение 2 недель.

8.3.2. *Определение п-толуолсульфокислоты в толуольной суспензии*

Суспензию тщательно перемешивают и отбирают 10 см³ пипеткой, добавляют 5 см³ этилового спирта и титруют 0,2 моль/дм³ спиртовым раствором гидроокиси калия по фенолфталеину.

Массовую долю кислоты (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V \cdot 172}{10 \cdot 50},$$

где V — объем точно 0,2 моль/дм³ спиртового раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты, см³;

10 — объем раствора *п*-толуолсульфокислоты, взятый для анализа, см³;

172 — молекулярная масса *п*-толуолсульфокислоты.

Массовая доля *п*-толуолсульфокислоты в суспензии должна быть 0,4—0,5%.

8.4. Проведение анализа

8.4.1. 0,3—0,5 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 100 см³, туда же пипеткой добавляют 10 см³ суспензии *п*-толуолсульфокислоты в толуоле (суспензию предварительно перемешивают). Реакционную массу нагревают с обратным холодильником на песчаной бане до кипения и кипятят

5 мин. После охлаждения колбы промывают холодильник из автоматической пипетки метанолом или пиридином (в случае анализа спиртов в эфирных маслах и смесях, содержащих ацетаты дегидратирующихся спиртов, холодильник необходимо промывать только пиридином). Дают хорошо стечь растворителю, после чего титруют реактивом Фишера или Ван-дер-Мюллена как описано в ГОСТ 14618.6—78.

Параллельно проводят контрольный опыт.

В отдельной навеске определяют воду в анализируемом веществе по ГОСТ 14618.6—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.4.2. Если при проведении реакции дегидратации образуется темная реакционная смесь, то анализ проводят по методике, указанной ниже.

8.4.3. 0,5 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в грушевидную колбу, добавляют пипеткой 10 см³ суспензии *n*-толуолсульфокислоты в толуоле, предварительно хорошо перемешанной, соединяют с приемником через холодильник Либиха и отгоняют смесь воды с толуолом в течение 5 мин, применяя для обогрева баню со сплавом Вуда, глицериновую или масляную баню, нагретую до 130°С. Температура бани во время отгона не должна быть выше 155°С. При достижении температуры бани 150°С выключают обогрев. После охлаждения колбу отсоединяют и через перевернутую соединительную трубку промывают холодильник из автоматической пипетки 10 см³ пиридина, собирая его в приемник. Отогнанную воду титруют реактивом Фишера или Ван-дер-Мюллена. Воду в анализируемом веществе и контрольном опыте определяют непосредственно титрованием реактивом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.5. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \left[\frac{(V - V_1)T \cdot 100}{m} - W\right]\frac{M}{18},$$

где V — объем реактива, израсходованный на титрование воды в рабочем опыте, см³;

V_1 — объем реактива, израсходованный на титрование воды в контрольном опыте, см³;

W — массовая доля воды в продукте, %;

m — масса навески вещества, г;

T — титр реактива;

M — молекулярная масса спирта;

18 — молекулярная масса воды.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в п. 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ПО ЭФИРНОМУ ЧИСЛУ ПОСЛЕ АЦЕТИЛИРОВАНИЯ В ПРИСУТСТВИИ УКСУСНОКИСЛОГО НАТРИЯ

(ментол, гераниол и другие в эфирных маслах)

9.1. Сущность метода

Метод основан на ацетилировании спирта при нагревании уксусным ангидридом в присутствии уксуснокислого натрия, выделении и омылении полученного ацетата. Спирт определяют по количеству щелочи, израсходованной на омыление ацетата.

9.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба П-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник воздушный, трубка с конусом КШ-29/32 по ГОСТ 8682—79 диаметром 10—15 мм, длиной 100—110 см.

Бюретка 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Воронка ВД-1—100(250) ХС по ГОСТ 25336—82.

Воронка В-56(75)—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138°С.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, плавленый.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76, раствор с массовой долей углекислого натрия 1—2%, насыщенный хлористым натрием (содово-солевой раствор).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (KOH) $=0,5$ моль/дм^3 (0,5 н.).

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) $=0,5$ моль/дм^3 (0,5 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

9.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации по ГОСТ 25794.1—83, ГОСТ 25794.3—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

9.3. Проведение анализа

10 см³ анализируемого вещества помещают в колбу, прибавляют 15 см³ уксусного ангидрида, 2 г плавленного уксуснокислого натрия и кипятят с обратным холодильником в течение 1,5 ч на песчаной бане или электрической плитке. После охлаждения в колбу приливают 30 см³ дистиллированной воды для разложения избытка уксусного ангидрида и снова нагревают в течение 15 мин на водяной бане при частом перемешивании.

Содержимое колбы переносят в делительную воронку, сливают водно-кислый слой и промывают эфирный слой содово-солевым раствором. В случае образования эмульсии промывку осуществляют горячим содово-солевым раствором в присутствии фенолфталеина до розовой окраски промывных вод.

Промытый ацетат высушивают прокаленным сульфатом натрия и фильтруют, 1,0 г отфильтрованного ацетата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, омыляют как указано в ГОСТ 14618.7—78.

Параллельно проводят омыление исходного продукта в тех же условиях.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.4. Обработка результатов

Массовую долю свободных спиртов (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(Э_{ч2} - Э_{ч1}) M \cdot 100}{56100 - 42(Э_{ч2} - Э_{ч})} = \frac{(Э_{ч2} - Э_{ч1}) M}{561 - 0{,}42(Э_{ч2} - Э_{ч1})},$$

где $Э_{ч1}$ — эфирное число до ацетилирования;

$Э_{ч2}$ — эфирное число после ацетилирования;

M — молекулярная масса спирта;

56100 — молекулярная масса гидроокиси калия, мг;

42 — увеличение молекулярной массы спирта вследствие его перехода в ацетат.

При отсутствии в анализируемом спирте примеси сложных эфиров массовую долю свободных спиртов (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{VM}{20(m - V \cdot 0{,}021)},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ спиртового раствора гидро-

окиси калия, израсходованный на омыление, см³;

M — молекулярная масса спирта;

m — масса навески вещества, г;

0,021 — поправочный коэффициент на увеличение массы спирта после ацетилирования, соответствующий 1 см³ 0,5 моль/дм³ раствора гидроокиси калия.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать:

2% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества более 50%;

1% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества от 10 до 50%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ФОРМИЛИРОВАНИЕМ

(линалоол, родинол)

10.1. Сущность метода

Метод основан на реакции спирта с концентрированной муравьиной кислотой при нагревании, выделении и омылении полученного формиата.

10.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба К-1—100(250)—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХПТ-1—400(600)—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—10, 25, 100 по ГОСТ 1770—74.

Воронка ВД-1—100(250) ХС по ГОСТ 25336—82.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73, плотность 1,22 г/см³.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

10.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

10.3. Проведение анализа

10 см³ анализируемого вещества помещают в колбу, смешивают с 20 см³ концентрированной муравьиной кислоты и нагревают с обратным холодильником в течение 1 ч на водяной бане при частом перемешивании.

По окончании нагревания содержимое колбы охлаждают, добавляют 100 см³ воды, тщательно перемешивают и переносят в делительную воронку для отделения водного слоя. Масляный слой промывают до нейтральной реакции водой.

Промытый продукт высушивают прокаленным сернокислым натрием, отфильтровывают около 0,5 г полученного сложного эфира, взвешивают в колбе для омыления, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака и проводят омыление так же, как при определении эфирного числа по ГОСТ 14618.7—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

10.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{VM}{20(m - V \cdot 0{,}014)},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на омыление, см³;

M — молекулярная масса спирта;

m — масса навески вещества, г;

0,014 — поправочный коэффициент на увеличение массы формилированного спирта (соответствует 1 см³ 0,5 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия, г).

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в п. 9.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛОВОГО СПИРТА В АБСОЛЮТНОМ РОЗОВОМ МАСЛЕ

11.1. Сущность метода

Метод основан на испарении этилового спирта с поверхности при 20°С.

11.2. Аппаратура

Баня воздушная или термостат.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Стаканчик СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336—82.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

11.3. Проведение анализа

1,0 г анализируемого масла взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в бюксу. Бюксу с навеской помещают в термостат с температурой 20°С. После часовой выдержки бюксу взвешивают, затем ставят опять в термостат на 1 ч и снова взвешивают. Если уменьшение массы превышает 0,01 г, бюксу оставляют в тех же условиях еще на 1 ч. Если уменьшение массы бюксы менее 0,01 г, то считают спирт удаленным и уменьшение массы суммируют. При взвешивании бюкса должна быть закрыта крышкой.

11.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_{11}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11}=\frac{(m_1-m_2)100}{m},$$

где m_1 — масса бюксы с анализируемым маслом до испарения, г;

m_2 — масса бюксы с анализируемым маслом после испарения, г;

m — масса навески масла, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,5% — для продуктов с массовой долей этилового спирта не более 10%.

11.3, 11.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ

12.1. Сущность метода

Определение основано на образовании растворимых в воде фенолятов при взаимодействии фенола с раствором щелочи.

12.2. Аппаратура и реактивы

Колба Кассиа, вместимостью 100 см³ (см. чертеж) с ценой деления не более 0,1 мм.



Пипетка по ГОСТ 1770—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4233—77, 3%-ный раствор.

12.3. Проведение анализа

В колбу Кассиа пипеткой вносят 10 см³ анализируемого вещества и приливают 50—60 см³ 3%-ного раствора гидроокиси натрия. Смесь тщательно перемешивают в течение получаса, а затем, добавляя раствор щелочи, переводят непрореагировавшую часть вещества в горлышко колбы. После отстаивания отсчитывают объем вещества, не вступившего в реакцию со щелочью, в градуированной части колбы при 20°.

Время отстаивания указывают в научно-технической документации на конкретное масло.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

12.4. Обработка результатов

Объемную долю фенола (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = (10 - V)10,$$

где V — объем нерастворившегося вещества, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не долдолжны превышать 1 % — для продуктов с объемной долей фенола от 50 до 90 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

С. А. Войткевич, канд. хим. наук; **А. А. Зеленецкая**, канд. хим. наук; **Н. Н. Калинина**, канд. хим. наук; **С. И. Зотова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.11.78 № 3170**

3. **В стандарт введены международные стандарты ИСО 3793—76, ИСО 1272—73, ИСО 1241—80**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14618.8—69**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 84—76	9.2
ГОСТ 199—78	9.2
ГОСТ 1594—69	7.2; 8.2
ГОСТ 1770—74	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 7.2; 8.2; 9.2; 10.2
ГОСТ 4166—76	9.2; 10.2
ГОСТ 4204—77	6.2; 7.2; 9.2
ГОСТ 4232—74	6.2
ГОСТ 4233—77	9.2
ГОСТ 4328—77	2.2; 4.1; 5.2
ГОСТ 5789—78	7.2; 8.2
ГОСТ 5815—77	2.2; 4.1; 5.2; 9.2
ГОСТ 5848—73	10.2
ГОСТ 5962—67	2.2; 5.2; 8.2; 9.2; 10.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 9.2; 10.2
ГОСТ 6995—77	8.2
ГОСТ 8682—79	4.1; 9.2
ГОСТ 8981—78	5.2
ГОСТ 9880—76	5.2; 7.2
ГОСТ 10163—76	6.2
ГОСТ 12026—76	9.2
ГОСТ 13647—78	2.2; 4.1; 5.2; 8.2
ГОСТ 14870—77	8.2
ГОСТ 14919—83	7.2; 9.2
ГОСТ 18300—87	2.2; 5.2; 8.2; 9.2; 10.2
ГОСТ 20292—74	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 9.2;
ГОСТ 21039—75	2.2; 4.1; 5.2; 9.2
ГОСТ 24104—88	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 7.2; 8.2; 9.2; 10.2; 11.2
ГОСТ 24363—80	5.2; 8.2; 9.2; 10.2

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 25336—82	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 8.2; 9.2; 10.2; 11.2
ГОСТ 25794.1—83	2.2.1; 4.1.1; 5.2.1; 9.2.1
ГОСТ 25794.2—83	6.2.1
ГОСТ 25794.3—83	5.2.1; 9.2.1; 10.2.1
ГОСТ 27068—86	6.2
ГОСТ 28498—90	8.2

6. СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 16.06.89 № 1681

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1990 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 2—85, 9—89)

gost.e-ecolog.ru